

1 second  
5  
5 seconds  
6  
10 seconds  
7  
20 seconds  
Conventional method  
Nothing  
Nothing

A measurement of a supersaturation point defect performs the fastening of the Al electrode to single side of a wafer.

A pulse voltage is applied via above-mentioned Al electrode to wafer both sides, raising temperature of a wafer.

It requires for the junction-capacitance variation of Al electrode.

It performed by reading the number of capture levels equivalent to the number of the supersaturation point defects accompanied by a quenching process in the variation of the transitional capacity of this result.

These measurement results were shown in the Table 1.

Moreover, in order to observe the influence a supersaturation point defect affects precipitation nucleation velocity, a question and a low hot-temperature process of a 20 hour retaining are applied to temperature =800 degree C to the above-mentioned various wafer at 3:00.

The precipitation nucleus in the wafer after each process was measured.

In addition, at the time of measuring the precipitation nucleus in the wafer formed as a result, because a precipitation nucleus is very fine, it performs the 1 hour maintenance of the wafer in an oxidising atmosphere at temperature =1100 degree C.

Let an above-mentioned precipitation nucleus be a stacking fault.

It considered as the number of precipitation nuclei by etching the wafer of this result by the etching reagent, and measuring the number of above-mentioned stacking faults.

These results were also shown in the Table 1.

**[Effect of the invention]**

From the result shown in a Table 1, by putting this invention methods 1-7 into effect in the silicon-single-crystal wafer in which made the supersaturation point defect exist, any are become as follows in the silicon-single-crystal wafer with which a supersaturation point defect does not exist so that the low hot-temperature processing time for the precipitation nucleation may be observed by the conventional method to the formation of almost all the precipitation nucleus being completed in 3 hours. In a low hot-temperature process of 3 hours, a formation of a precipitation nucleus is not observed but a formation of the precipitation nucleus which is mostly equivalent to a 3 hour process of the wafer with which the above-mentioned supersaturation point defect exists at last by process of another time is observed.

As mentioned above, it enables that the silicon-single-crystal wafer with which the supersaturation point defect of this invention exists shortens remarkably low hot-temperature processing time for the precipitation nucleation which was requiring the long time conventionally because the formation speed of the precipitation nucleus which is a crystal-defect layer in a device process as compared with the silicon-single-crystal wafer with which this does not exist is remarkably quick. A useful effect is brought on an operation.

## **DERWENT TERMS AND CONDITIONS**

*Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.*

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)

["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公告

⑫ 特許公報(B2)

平3-9078

⑬ Int. Cl.<sup>9</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 平成3年(1991)2月7日

C 30 B 29/06

7158-4G

33/02

7158-4G

H 01 L 21/324

Z

7738-5F

発明の数 2 (全3頁)

⑮ 発明の名称 析出核の形成速度が速いシリコン単結晶ウエハおよびその製造法

⑯ 特 願 昭60-60419

⑰ 公 開 昭61-219795

⑱ 出 願 昭60(1985)3月25日

⑲ 昭61(1986)9月30日

⑳ 発 明 者 須 賀 久 明 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内

㉑ 発 明 者 島 賀 康 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内

㉒ 発 明 者 貝 沼 光 浩 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内

㉓ 出 願 人 三菱金属株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番2号

㉔ 代 理 人 弁理士 富田 和夫 外1名

審 査 官 酒 井 正 己

㉕ 参 考 文 献 特開 昭59-190300(JP, A)

1

2

#### ① 特許請求の範囲

1 高温において熱平衡的に存在する点欠陥を低温において過飽和に含有することを特徴とするゲッタリング用結晶欠陥層となる析出核の形成速度が速いシリコン単結晶ウエハ。

2 シリコン単結晶ウエハの内部でゲッタリング効果を有する結晶欠陥層となる析出核を形成するための低温熱処理を施すに先だつて、シリコン単結晶ウエハに、1100~1280℃の範囲内の温度に加熱後、少なくとも500℃以下の温度まで200℃/min以上の冷却速度で急冷の熱処理を施すことを特徴とするゲッタリング用結晶欠陥層となる析出核の形成速度が速いシリコン単結晶ウエハの製造法。

#### 発明の詳細な説明

##### 〔産業上の利用分野〕

この発明は、デバイスプロセスにおいて、表面部に結晶の無欠陥層を有し、内部に結晶欠陥層を有するシリコン単結晶ウエハを形成するに先だつて施される熱処理のうち、特に前記結晶欠陥層となる析出核を形成するための低温熱処理の時間を著しく短縮することが可能な、すなわち析出核の

形成速度が速いシリコン単結晶ウエハおよびその製造方法に関するものである。

##### 〔従来の技術〕

- 一般に、デバイスプロセスにおいて、表面部に結晶の無欠陥層が形成され、一方内部にはゲッタリング効果を有する結晶欠陥層が形成されたシリコン単結晶ウエハを得るためには、これに先だつて、前記ウエハには、例えば、500~900℃の範囲内の温度に、10~50時間保持後、徐冷の条件での低温熱処理、並びに1050~1250℃の範囲内の所定温度に4~6時間保持後、徐冷の条件での高温熱処理が施され、前者の低温熱処理は、結晶欠陥層となる析出核形成のためのものであり、また後者の高温熱処理は、ウエハ表面近傍の格子間酸素または析出核を外方に拡散して無欠陥層を形成するためのものである。

##### 〔発明が解決しようとする問題点〕

しかし、上記のように結晶欠陥層となる析出核形成のための低温熱処理は、その所要時間が10~50時間ときわめて長く、操業上問題があるものであった。

##### 〔問題点を解決するための手段〕

3

そこで、本発明者等は、上述のような観点から、析出核形成のための低温熱処理時間の短縮化をはかるべく研究を行なった結果、シリコン単結晶ウエハには、点欠陥、すなわちSi原子が格子間に侵入した格子間型点欠陥と、格子を形成するSi原子が欠陥した空孔型点欠陥が存在し、この点欠陥は熱平衡的に存在するもので、例えば1200℃では、格子間型点欠陥： $1 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>、

空孔型点欠陥： $1 \times 10^{13}$ 個/cm<sup>3</sup>

また、600℃では、

格子型点欠陥： $1 \times 10^{14}$ 個/cm<sup>3</sup>、

空孔型点欠陥： $1 \times 10^{13}$ 個/cm<sup>3</sup>、

存在するが、この点欠陥が析出核の形成促進に著しく寄与し、したがって、前記ウエハを急冷することにより高温において熱平衡的に相対的に多量存在する点欠陥を低温で過飽和に多量存在するようにし、この状態のウエハに上記の析出核形成低温熱処理を施すと、前記の多量の過飽和点欠陥が核となって析出核の形成が促進されるようになり、この結果熱処理時間の著しい短縮化が可能となるという知見を得たのである。

この発明は、上記知見にもとづいてなされたものであつて、シリコン単結晶ウエハの内部でゲッタリング効果を有する結晶欠陥層となる析出核を形成するための低温熱処理を施すに先だつて、シリコン単結晶ウエハに、1100～1280℃の範囲内の温度に加熱後、少なくとも500℃以下の温度まで200℃/min以上の冷却速度で急冷の熱処理を施すことによつて、高温において熱平衡的に存在する点欠陥を低温において過飽和に含有する、すなわちゲッタリング用結晶欠陥層となる析出核の形成速度が速いシリコン単結晶ウエハを製造することに特徴を有するものである。

なお、この発明のシリコン単結晶ウエハの製造

4

法において、加熱温度を1100～1280℃と限定したのは、加熱温度が1100℃未満では急冷後のウエハにおける過飽和点欠陥が相対的に少なく、所望の上記低温熱処理時間の短縮化をはかることができず、一方1280℃を越えた加熱温度にしてもより一層の析出核形成促進効果が得られないという理由にもとづくものであり、また冷却速度を200℃/min以上としたのは、200℃/minの冷却速度を境として、これより遅い冷却速度になると、高温において熱平衡的に存在する点欠陥を低温で過飽和に存在させることが困難になるという理由によるものであり、さらに、急冷温度の上限値を500℃としたのは、冷却温度が500℃未満であれば、急冷後のウエハに存在する過飽和点欠陥にあまり変化がないという理由によるものである。

#### 〔実施例〕

つぎに、この発明のシリコン単結晶ウエハおよびその製造法を実施例により具体的に説明する。

直径：125mm×厚さ：0.5mmの寸法をもつたシリコン単結晶ウエハを用意し、このウエハをそれぞれ第1表に示される加熱冷却条件にて、加熱し、温度：500℃まで急冷して本発明法1～7を実施し、前記ウエハに過飽和点欠陥を付与した。なお、第1表において、冷却速度が500℃/minの場合は放冷、同1000℃/minの場合は強制空冷を行なった場合を示すものである。

二  
ついで、このように本発明法1～7をそれぞれ実施することによつて過飽和点欠陥を付与したシリコン単結晶ウエハの過飽和点欠陥を測定した。

また、比較の目的で、従来法として、上記の過飽和点欠陥付与処理を行なわないシリコン単結晶ウエハについても、過飽和点欠陥の測定を行なった。

第 1 表

種別		加熱冷却条件			ウェハ中の過飽和点欠陥数 (個/cm <sup>2</sup> )	析出核の形成数	
		加熱温度 (℃)	保持時間	冷却速度 (℃/min)		800℃×3時間の場合 (個/cm <sup>2</sup> )	800℃×20時間の場合 (個/cm <sup>2</sup> )
本発明法	1	1280	5秒	500	$4 \times 10^{17}$	$2 \times 10^8$	$1 \times 10^9$
	2	1280	10秒	1000	$4 \times 10^{17}$	$2 \times 10^8$	$1 \times 10^9$
	3	1280	30秒	1000	$4 \times 10^{17}$	$2 \times 10^8$	$1 \times 10^9$
	4	1250	1秒	1000	$3 \times 10^{17}$	$1.6 \times 10^8$	$7 \times 10^8$
	5	1200	5秒	1000	$1 \times 10^{17}$	$1.3 \times 10^8$	$1.5 \times 10^9$
	6	1150	10秒	1000	$9 \times 10^{16}$	$6.8 \times 10^7$	$4 \times 10^8$
	7	1100	20秒	1000	$8 \times 10^{16}$	$1.4 \times 10^7$	$3 \times 10^8$
従来法		—			なし	なし	$1 \times 10^9$

過飽和点欠陥の測定は、ウェハの片面にAl電極を固着し、ウェハを昇温しつつウェハ両面に前記Al電極を介してパルス電圧を印加して、Al電極の接合容量変化を求め、この結果の過渡的容量の変化量から急冷処理に伴う過飽和点欠陥の数に相当する補正単位数を読みとることにより行なつた。これらの測定結果を第1表に示した。

また、過飽和点欠陥が析出核形成速度に及ぼす影響を見るために、上記の各種ウェハに対して、温度：800℃に、3時間および20時間保持の低温熱処理を施し、各処理後のウェハ中の析出核を測定した。

なお、この結果形成されたウェハ中の析出核を測定するに際しては、析出核はきわめて細かいので、ウェハを酸化雰囲気中にて、温度：1100℃に1時間保持して、前記析出核を覆層欠陥とし、この結果のウェハを腐食液でエッチングして前記覆層欠陥の数を測定することによって析出核の数とした。これらの結果も第1表に示した。

〔発明の効果〕

第1表に示される結果から、本発明法1～7を実施することによって過飽和点欠陥を存在させたシリコン単結晶ウェハにおいては、いずれも析出核形成のための低温熱処理時間が3時間でほとんどの析出核の形成が終了しているのに対して、従来法に見られるように、過飽和点欠陥の存在しないシリコン単結晶ウェハにおいては、3時間の低温熱処理では析出核の形成が見られず、20時間の処理でようやく前記の過飽和点欠陥が存在するウェハの3時間処理にはほぼ相当する析出核の形成が見られるものである。

上述のように、この発明の過飽和点欠陥の存在するシリコン単結晶ウェハは、これの存在しないシリコン単結晶ウェハに比して、デバイスプロセスで結晶欠陥層となる析出核の形成速度が著しく速いので、従来長時間を要していた析出核形成のための低温熱処理時間を著しく短縮することを可能とするものであり、作業上有用な効果をもたらすものである。

**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):**

(19) Japanese Patent Office (JP)

(11) Patent-application public notice

(12) Patent gazette (B2) Heisei 3-9078

(51) Int.Cl.5

C30 B 29/06

33/02

HO1L 21/324

Identification symbol

Z

An internal adjustment number

7158-4G

7158-4G

7738-5F

(24) (44) Date of Kokoku Publications February 7th, Heisei 3 (1991)

The number of invention 2

(Total of 3 pages)

**(54) TITLE The silicon-single-crystal wafer with the quick formation speed and its manufacturing method of a precipitation nucleus**

(21) Japanese Patent Application No. 60-60419

(65) Laid-open (kokai) number Showa 61-219795

(22) Filing date of application Showa 60 (1985) March 25th (43) Date of disclosure Showa 61 (1986) September 30th

(72) Inventor SUGA, Hisaaki Saitama prefecture Oomiya-shi Kita Fukuromachi 1-297

The Mitsubishi Metal K.K. centre research laboratory

(72) Inventor SHIMANUKI, Yasushi

Saitama prefecture Oomiya-shi Kita Fukuromachi 1-297

The Mitsubishi Metal K.K. centre research laboratory

(72) Inventor KAINUMA, Mitsuhiro Saitama prefecture Oomiya-shi Kita Fukuromachi 1-297

The Mitsubishi Metal K.K. centre research laboratory

(71) Applicant Mitsubishi Metal K.K. Tokyo Chiyoda-ku Ootemachi 1-5-2

(74) Representative Patent attorney TOMITA, Kazuo et al.

Examiner SAKAI, Masami

(56) Bibliography Unexamined Japanese patent No. 59-190300 (JP, A)

**(57) Claim(s)**

1 In high temperature, the point defect which exists in thermal equilibrium is contained to supersaturation in low temperature. The silicon-single-crystal wafer with the quick formation speed of the precipitation nucleus functioning as the crystal-defect layer for getterings which is characterised by the above-mentioned.

2 It is the first to apply the low hot-temperature process for forming the precipitation nucleus functioning as the crystal-defect layer which has a gettering effect inside a silicon-single-crystal wafer. A quenching is heat-treated with the cooling rate of 200 degrees C/min or more to the temperature of at least 500 degrees C or less after heating to the temperature within the limits of 1100-1280 degrees C to a silicon-single-crystal wafer. The manufacturing method of the silicon-single-crystal wafer with the quick formation speed of the precipitation nucleus functioning as the crystal-defect layer for getterings which is characterised by the above-mentioned.

**DETAILED DESCRIPTION OF INVENTION**

**[INDUSTRIAL APPLICATION]**

This invention has the defect-free layer of a crystal among a surface part in a device process.

Among heat treating which precedes to form the silicon-single-crystal wafer which has a crystal-defect layer inside, and is applied, the time of the low hot-temperature process for forming the precipitation nucleus functioning as especially an above-mentioned crystal-defect layer can be shortened remarkably, namely, it relates to the silicon-single-crystal wafer with the quick formation speed and its manufacturing method of a precipitation nucleus.

**[PRIOR ART]**

Generally, in a device process, the defect-free layer of a crystal is formed on a surface part.

In order to obtain the silicon-single-crystal wafer with which the crystal-defect



layer which has a gettering effect was formed on the inside on the one side, it is preceding to this.

High-temperature heat treating on the conditions of a slow-cooling is applied to the temperature within the limits of 500-900 degrees C after a 4-6 hours maintenance, for example, after a 10-50 hours maintenance at the predetermined temperature of a low hot-temperature process on the conditions of a slow-cooling, and the 1050-1250-degree C range of an above-mentioned wafer.

The former low hot-temperature process is a thing for the precipitation nucleation functioning as a crystal-defect layer.

Moreover the latter high-temperature heat treating is for diffusing in outside oxygen between the lattices or the precipitation nucleus near the wafer surface, and forming a defect-free layer.

#### **[PROBLEM ADDRESSED]**

However, that duration of the low hot-temperature process for the precipitation nucleation which is a crystal-defect layer as mentioned above is very as long as 10-50 hours. It was the thing with the problem on an operation.

#### **[SOLUTION OF PROBLEMS]**

Consequently, these inventors did the study from the above viewpoints that the shortening of the low hot-temperature processing time for the precipitation nucleation should be achieved.

As a result, to a silicon-single-crystal wafer, it is a point defect. Namely, the point defect of the type between the lattices in which Si atom penetrated between lattices, Si atom which forms a lattice, a lacked hole type point defect exists. This point defect exists in thermal equilibrium concentration of point defects.

For example, at 1200 degrees C, type point defect between lattices:  $1 \times 10^{17}$  piece / cm<sup>3</sup>, hole type point defect:  $1 \times 10^{15}$  piece / cm<sup>3</sup>

Moreover, at 600 degrees C, skeleton-pattern point defect:  $1 \times 10^{16}$  piece / cm<sup>3</sup>

Hole type point defect:  $1 \times 10^5$  piece / cm<sup>3</sup>, thus it exists.

However, this point defect contributes to formation promotion of a precipitation nucleus remarkably.

Therefore, it is made to perform at supersaturation abundant existence of the point defect which performs abundant existence relatively in thermal equilibrium

concentration of point defects in high temperature, at low temperature by performing the quenching of the above-mentioned wafer.

If the above-mentioned precipitation nucleation low hot-temperature process is applied to the wafer of this condition, a lot of above-mentioned supersaturation point defects will be a nucleus, and a formation of a precipitation nucleus will come to be promoted. The realisation that as a result remarkable shortening of a heat-treating time was made was obtained. This invention is formed based on above-mentioned realisation. It is first to apply the low hot-temperature process for forming the precipitation nucleus functioning as the crystal-defect layer which has a gettering effect inside a silicon-single-crystal wafer.

By heat-treating a quenching with the cooling rate of 200 degrees C/min or more to the temperature of at least 500 degrees C or less after heating to the temperature within the limits of 1100-1280 degrees C to a silicon-single-crystal wafer, it becomes as follows in high temperature. The point defect which exists in thermal equilibrium concentration of point defects is contained to supersaturation in low temperature. That is, it has the characteristic to manufacture the silicon-single-crystal wafer with the quick formation speed of the precipitation nucleus functioning as the crystal-defect layer for getterings.

In addition, in the manufacturing method of the silicon-single-crystal wafer of this invention, if heating temperature is less than 1100 degrees C, having limited heating temperature with 1100-1280 degrees C does not have a relatively few supersaturation point defect in the wafer after a quenching, and the shortening of desired above-mentioned low hot-temperature processing time cannot be achieved. It is based on the reason the precipitation nucleation promotion effect of one layer is not more obtained even when it makes to the heating temperature exceeding 1280 degrees C on the one side.

Moreover having made the cooling rate into 200 degrees C/min or more makes the cooling rate of 200 degrees C/min a boundary, and It, if it becomes a cooling rate slower than this, the point defect which exists in thermal equilibrium concentration of point defects in high temperature will be based on the reason it becomes difficult to make supersaturation exist at low temperature.

Furthermore, if cooling temperature is less than 500 degrees C, having made the upper limit of a quenching temperature into 500 degrees C to the supersaturation point defect which exists in the wafer after a quenching, it is based on the reason there is not much variation.

**[Example]**

Below, an example explains concretely the silicon-single-crystal wafer and its manufacturing method of this invention.

Diameter: 125 mm \* Thickness: 0.5m, the silicon-single-crystal wafer with this size is prepared. This wafer is heated on the heating cooling conditions respectively shown in a Table 1.

Perform a quenching by temperature: 500 degree C and put this invention methods 1-7 into effect.

The supersaturation point defect was provided to the above-mentioned wafer. In addition, when a cooling rate is 500 degrees C/min, in Table 1, it cools and, in the 1000-degrees C/min same case, the case where a forced air cooling is done is shown. Subsequently, the supersaturation point defect of the silicon-single-crystal wafer which provided the supersaturation point defect was measured by respectively putting into effect this invention methods 1-7 in this way. Moreover, the supersaturation point defect was measured for the objective of a comparison also with the silicon-single-crystal wafer which does not do the above-mentioned supersaturation point-defect providing process as a conventional method.

**Table 1****Classification**

Heating cooling conditions

Heating temperature (degree C)

Holding time

Cooling rate (degree C/min)

The number of supersaturation point defects in a wafer (piece /cm<sup>3</sup>)

The number of formations of a precipitation nucleus

In the case of 800 degree-C \* 3 hours (piece /cm<sup>3</sup>)

In the case of 800 degree-C \* 20 hours (piece /cm<sup>3</sup>)

This invention method

1

5 seconds

2

10 seconds

3

30 seconds

4